

## Zn-Al 共析合金の超塑性挙動におよぼすMgの影響

その他（別言語等） のタイトル	The Influence of Mg addition on the Superplastic behaviour of the Zn-Al eutectoid alloy
著者	田中 雄一，井川 克也
雑誌名	室蘭工業大学研究報告．理工編
巻	8
号	1
ページ	59-74
発行年	1973-10-15
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/3573">http://hdl.handle.net/10258/3573</a>

# Zn-Al 共析合金の超塑性挙動におよぼす Mg の影響\*

田中 雄一・井川 克也

## The Influence of Mg addition on the Superplastic behaviour of the Zn-Al eutectoid alloy

Yuichi Tanaka and Katsuya Ikawa

### Abstract

The influence of 0.02 wt% Mg addition on the superplastic properties of the quenched and the annealed Zn-Al eutectoid alloys was investigated at 250°C. The main results obtained were as follows:

(1) Addition of 0.02% Mg does not significantly affect superplasticity but flow stress increases with Mg addition. The longest annealing process after quenching does produce large  $\alpha_1$  grain boundary. With addition of Mg, much  $\alpha_1$  grain boundary is appeared by annealing.

(2) The magnitude of the strain rate sensitivity index  $m$  identify origin of superplastic behaviour. The finer grain size material has a lower flow stress and high  $m$  region persists to higher strain rate than for the coarser grained materials. This tendency is enhanced with addition of Mg.

(3) Experimental results support that grain boundary shearing has occurred as a result of grain boundary migration during superplastic deformation.

### I. 緒 言

超塑性現象は、きわめて小さい作用応力のもとで、くびれを生ずることなしに異常に大きな伸びを示す性質であり、特定の材料に限定して表われる現象ではなく、結晶体の一般的な性質であると考えられている。現在では、超塑性機構の解明に平行して実用面の研究も盛んのようにある<sup>1)~3)</sup>。

ある種の金属は非常に可塑性に富み、複雑でしかも精密な塑性加工製品が数多く作られている。たとえば、引抜き加工における極細線、圧延による金箔・アルミニウム箔などの製造、あるいは、高圧・高速プレスまたは放電衝撃を利用した加工製品、および超音波エネルギーを用いた加工手段に重畳した加工によるものなどである。これらは確かに大きな可塑性を利用した加工ではあるが、材料自身もつ内的な要因に依存せず、外的因子による寄与が大きく作用した結果のものであり超塑性とは言えない。材料の内的因子による可塑性—変形能を表わすには、引張試験による伸びが尺度として適切である。一般的な加工条件では、金属の伸びは、

\* 1972 年 11 月 日本金属学会・日本鉄鋼協会北海道支部大会に発表

50~60% 程度であり、延性に大きな影響を与える加工温度を考慮に入れても、伸びは 100%、絞り 80% 程度までしか期待できない。これに対して、超塑性材料では数 100% から 2,000% の異常な伸びとほぼ 100% に近い絞りが得られることが知られている<sup>4)~8)</sup>。

「超塑性」という語は、1945 年 Bochvar による Zn-(15~22%) Al 合金で観察された異常に大きな伸びを示す現象を「Сверхпластичность-超塑性」と呼んだことに始まる。この合金系は、その後 Presnyakov によって系統的に研究された。これらの研究結果は、Underwood<sup>9)</sup> によって詳細に解説されている。異常に大きい塑性が得られるという現象それ自体は、1920 年に Zn-Cu-Al 三元共晶合金が Al のような普通の結晶性材料とは異なり高温ガラスの挙動に似た性質を示すことを観察した Rosenhain<sup>10)</sup> の研究が最初である。さらに Sauveur<sup>11)</sup> は温度勾配をつけた鋼棒をねじり試験し変態温度領域に相当する部分の異常変形の観察を行なっている。しかしながら、異常に大きい塑性すなわち超塑性現象の直接的な発見は、Pb-Sn および Bi-Sn 共晶合金で 2,000% 以上の伸びを観察した Pearson<sup>12)</sup> (1934 年) による研究が発端である。

Backofen, Turner と Avery<sup>13)</sup> は、超塑性現象を粘弾性流動現象と考え、流動応力  $\sigma$  をひずみ速度  $\dot{\epsilon}$  の関数として  $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$  として表わし実験結果と一致することを示した。ここで  $K$  は定数で、 $m$  はひずみ速度感受性指数である。現在まで報告されている数多くの研究は Backofen らの解析法によって議論されている。それらの結果は、詳細に解説されており、超塑性の発生条件はつぎのように要約される。(1) 結晶粒径が微細 ( $\bar{L} < 10 \mu$ ) で、かつ安定であること、(2) 十分に低いひずみ速度で変形すること、(3) 融点 ( $^{\circ}\text{K}$ ) の 1/2 以上の温度で変形することである。

Zn-Al 共析合金は、超塑性を示す多くの合金の中でも、きわめて容易に組織的な必要条件を得ることができる<sup>14)</sup> ため、非常に多くの研究がなされている<sup>15)~20)</sup>。これらの研究の多くは、比較的高い純度の材料により研究されており、不純物あるいは第 3 元素の影響については不明の点が多い。一方、Zn-Al 共析合金は実用化の段階に入りつつあるが、その機械的強度は必ずしも充分ではない。第 3 元素の添加によって常温における強度を増大させ、かつ高温において超塑性を示すならば、多くの工業的応用に利用できるであろう。常温強度を改善する元素として Mg, Cu, Ni などが考えられるが<sup>21)</sup>、本研究では比較的性質の似ている Mg を微量添加した Zn-Al 共析合金の超塑性挙動を詳細に検討する。なお本実験終了期近くに、竹岡<sup>22)</sup> らにより Zn-22% Al 合金への Mg 添加の影響について詳細な研究結果が発表された。したがって、本報告では、竹岡らの結果を十分参照、比較しつつ、未だ不明である長時間の焼鈍によって結晶粒径を粗大化させた試料の超塑性挙動について主として述べることにする。

## II. 安定変形の機構

延性材料を引張試験したとき、均一変形は安定流動が生じている間でのみ可能である。安定変形は、くびれの発生によって不安定変形となる。実際に荷重  $P$  のもとで変形する試験片

(断面積,  $A$ ; 標点間距離,  $L$ ) を考えると, 微小伸び  $dL$  の起こる試験片は僅か硬化するが, 一方断面減少によって弱くなる。前者の現象がまさっていると, 試験片はある点で変形が始まったとき, 他の点で引続き変形が起るためそこでは変形が停止し, 変形は均一に進行する。しかし, もしそこが断面収縮によって弱くなると試験片は不安定な状態となる。すなわち  $0.3 T_m$  以下の温度では, 材料がひずみ硬化能を失ったときにくびれが生ずる。この条件は  $dp=0$  で定義される。すなわち,

$$p = \sigma A$$

$$dp = \sigma dA + A d\sigma = 0$$

一方非圧縮性体では

$$\frac{dL}{L} = -\frac{dA}{A}$$

ここに, ひずみ  $\epsilon$  は  $\int_{l_0}^{l_0+dL} dL/L$  であるから,  $d\epsilon = dL/L$  となる。

したがって

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = \sigma \quad (1)$$

これは **Fig. 1** に示したように, 荷重の最

大点で真応力—真ひずみ曲線の傾きが真応力と等しくなることを示す。また, ある金属に対して, 第 1 近似で荷重—伸び曲線は, つぎの関係式で表わすことができる。

$$\sigma = K\epsilon^n \quad (2)$$

したがって, 最大荷重に対応する伸びは,

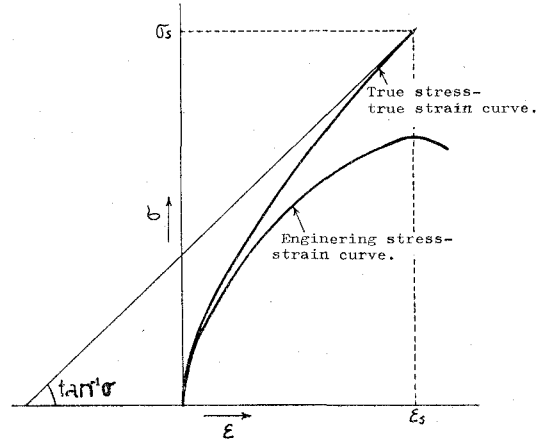
$$\epsilon_s = n \quad (3)$$

として示されることがわかる。それ故, 加工硬化指数  $n$  は一般の金属において  $<0.3$  であるから, 均一伸びは 30% を越えない。さらに安定な伸びをうるには, 除荷後軟化焼鈍を行ないひずみ硬化能を恢復しなければならない。

冷間加工においては, 材料がひずみ硬化を生じないならば, 均一伸びはありえない。しかし  $0.5 T_m$  以上の温度では, ひずみ硬化能が僅かでもかなり大きい均一伸びを示すことが知られている。このような状態では, 恢復と硬化との平衡関係が成立し, ひずみ速度感受性が変形への重要な支配因子となる。流動応力とひずみ速度の定量的関係は, つぎのように表わされる。

$$\sigma = K'\epsilon^n \dot{\epsilon}^m \quad (4)$$

ただし  $\dot{\epsilon}$  はひずみ速度,  $m$  はひずみ速度感受性指数,  $K'$  は定数である。**Fig. 2** は, 引張試験中に  $n$  と  $m$  の値によって試験片の形状変化を模型的に示したものである<sup>23)</sup>。  $n=0.3$ ,  $m=0.003$



**Fig. 1.** Consider construction for the determination of the point of maximum load.

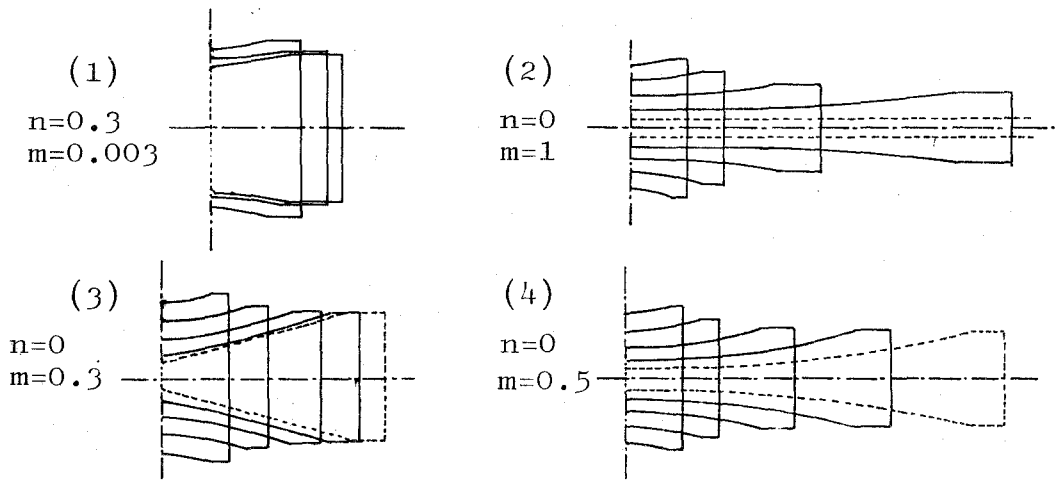


Fig. 2. Relation between specimen-shape and work hardening index,  $n$  and strain rate sensitivity index,  $m$  during tensile test.

の(1)は、前述の冷間変形に相当する一般的な延性金属の場合である。試験片は、約30%の均一伸びを示し、その後直ちにくびれを生じ破断する。(2)は  $n=0$ ,  $m=1$  の場合の同様の関係を示したが、これは粘性流動体に相当する。また(3)および(4)は  $n=0$  とし、 $m$  が0.3および0.5の値の場合である。 $n=0$  は加工硬化を生じないことを意味し、超塑性変形がこれに相当する。両者とも、くびれを生じ逐には破断するが、くびれは局部的でなく全体にわたって細長くなる。得られる全伸びは、 $m=0.3$  より0.5の試料で大きい。これらの実験事実の詳細は、Backofen<sup>13)</sup> らによっても研究されており、超塑性を示す金属に対して(4)式をつぎのように考えて解析している。

$$\sigma = K' \dot{\epsilon}^m \quad (5)$$

(5) 式の流動応力  $\sigma$  を荷重  $P$  と断面積  $A$  で表わし

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt} = -\frac{1}{A} \frac{dA}{dt}$$

とすると

$$-\frac{dA}{dt} = \left(\frac{P}{K'}\right)^{1/m} \left(\frac{1}{A^{(1-m)/m}}\right) \quad (6)$$

(6) 式は、 $m < 1$  である限り断面積が小さい程急激にその面積は減少することを意味し、 $m=1$  のとき、ニュートン粘性の挙動を示し断面積減少速度は、その断面に依存しなくなる。それぞれの  $m$  値について、断面積とくびれ速度の関

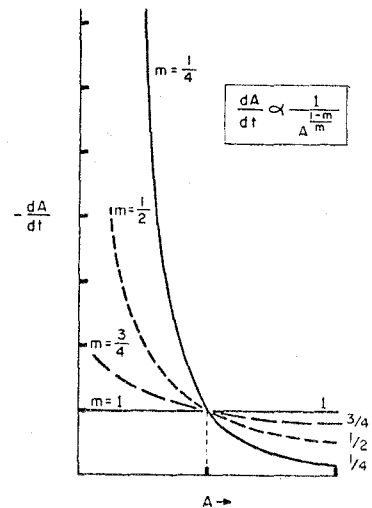


Fig. 3. Dependence of the cross sectional shrinkage rate on cross section size for different amounts of strain rate sensitivity.

係を Fig. 3 に示した。このように塑性流動式から求めた状態式においても、ひずみ速度感受性指数の大小によって全伸びが大きく支配されることがわかる。これらの関係は、Hart<sup>24)</sup>によって解析的に証明されている。

本報告では、ひずみ速度感受性を超塑性の尺度とみなし、議論を進めていくことにする。

### III. 実験方法

#### 1. 試料

まず、純 Al (99.99%) および純 Zn (99.99%) を共析成分割合に配合した溶融合金を作り約 0.3% のヘキサクロルエタンを用いて脱ガスを行なった。Mg 添加合金は Al-Mg 母合金により、0.02% の Mg を添加したものである。これら溶融合金を、それぞれ金型に鋳込み、12°×25°×120 mm のインゴットを得た。溶解はすべて大気中にて、高純度黒鉛ルツボを用いて行なった。各インゴットは 350°C で 72 時間の均一化焼鈍を施した後 350°C の熱間圧延により厚さ 1.5 mm の板材とした。この板材から Fig. 4 に示す形状寸法の引張試験片を作成した。得られた各試料の化学成分を Table 1 に示す。引張試験片は再び 375°C に 1 時間保持した後、-17~-18°C の 23% 食塩水中に焼入し、室温において共析分解を完了させた。この操作により、両試験片とも発熱を示し、Al と Zn のそれぞれの一次固溶体  $\alpha$  相 (Al に富む相) と  $\beta$  相 (Zn に富む相) に分解し、微細な  $\alpha$ - $\beta$  混合組織となる。なお Mg 添加試料では、発熱反応が遅延して起こる。これは、Cu 添加の場合<sup>25)</sup>と同様であった。

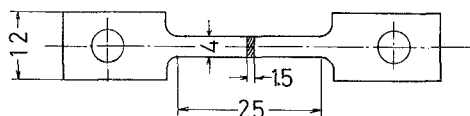


Fig. 4. The shape and dimension of specimen.

Table 1. Chemical composition of specimen (wt%)

	Al	Zn	Mg
Zn-Al eutectoid alloy	22.50	77.25	—
0.02% Mg alloy	22.00	77.25	0.02

結晶粒径の異なる組織をうるため、250°C で長時間の焼鈍を行なった。Hilliard の方法によって求めた結晶粒径は、Mg を添加しない試験片において、1 時間で 0.7  $\mu$ 、96 時間で 1.9  $\mu$ 、408 時間で 2.3  $\mu$  であった。0.02% Mg 添加の試験片では、それぞれ 0.65  $\mu$ 、1.6  $\mu$ 、1.8  $\mu$  であった。その他に、比較のため溶体化処理後炉冷した試料も用いた。

#### 2. 引張試験

引張試験は、インストロン型の引張試験機 (島津 IS-5000) を用いて、もっとも超塑性が顕著に生ずると報告されている 250°C の温度で大気中にて行なった。試験片温度の測定は、試験片のつかみ部上下 2 カ所に CC 熱電対を接触させ測定した。試験用炉は上下 2 ブロックの加熱帯より成り、それぞれ独立に制御することによって 250±2°C に引張試験中温度制御が可能

であった。昇温に要した時間は約 30 分であり、さらに 30 分保持後負荷した。また試験は、クロスヘッド速度 0.05~50 mm/min (初期ひずみ速度  $2 \times 10^{-3} \sim 2 \text{ min}^{-1}$ ) の範囲で行なった。

ひずみ速度感受性指数  $m$  の決定は、引張速度急変試験により行なった。Fig. 5 は、この方法を示したものである。すなわち時間  $t^*$  でクロスヘッド速度を  $V$  から  $V'$  に変化 ( $V < V'$ ) させる。クロスヘッド速度の増加によって、荷重は図のように急激な増大後、緩慢な増加の後定常状態変形が起る。クロスヘッド速度が  $V$  から  $V'$  に変化した後のひずみ量に等しくなるまで、 $V$  での曲線を時間  $B$  まで延長し荷重を求める。これらの測定から  $m$  は

$$m = \frac{\log\left(\frac{P_A}{P_B}\right)}{\log\left(\frac{V'}{V}\right)}$$

となる。計算された  $m$  の値は低速度  $V$  での値とみなせ、その時のひずみ速度は、

$$\dot{\epsilon} = \frac{V}{\text{時間 } B \text{ における試験片の長さ}}$$

で表わせる。これらは、ひずみ履歴の影響を完全に無視しているが、Backofen らによれば再現性のある関係が得られることが実証されている。

### 3. 組織観察

変形前後の組織観察を光学顕微鏡・電子顕微鏡および X 線回折で行なった。光学顕微鏡観察は、試料をエメリー紙で粗研摩後 10% NaOH 水溶液を用いてエッチングして行なった。電子顕微鏡観察は、上述の試料に 2 段レプリカ (Cr シャドウィング) により行なった。なお電子顕微鏡は日立製作所製 HU-125 である。X 線回折用試料は、引張試験片の一部から採取してエメリー紙で 0.5~0.8 mm の厚さに粗研摩後、HF: 5%,  $\text{HNO}_3$ : 5%,  $\text{H}_2\text{O}$ : 90% の液で化学研摩して厚さ約 0.1 mm にしたものである。静止状態で X 線回折撮影を行なった。照射条件を、特性 X 線: Cu  $K_\alpha$ , 電圧: 30~40 kV, 電流 13~15 mA, 照射時間 90~120 分, とし、試料から約 25 mm の距離に設置したフラットフィルム上に回折環をえた。

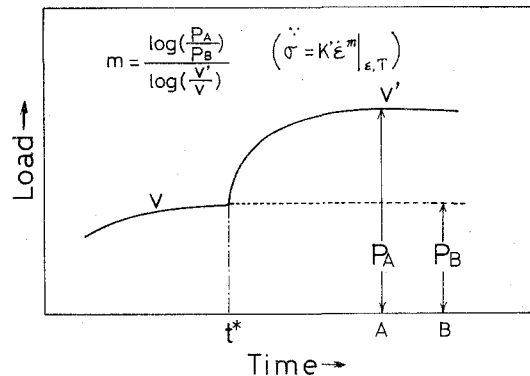


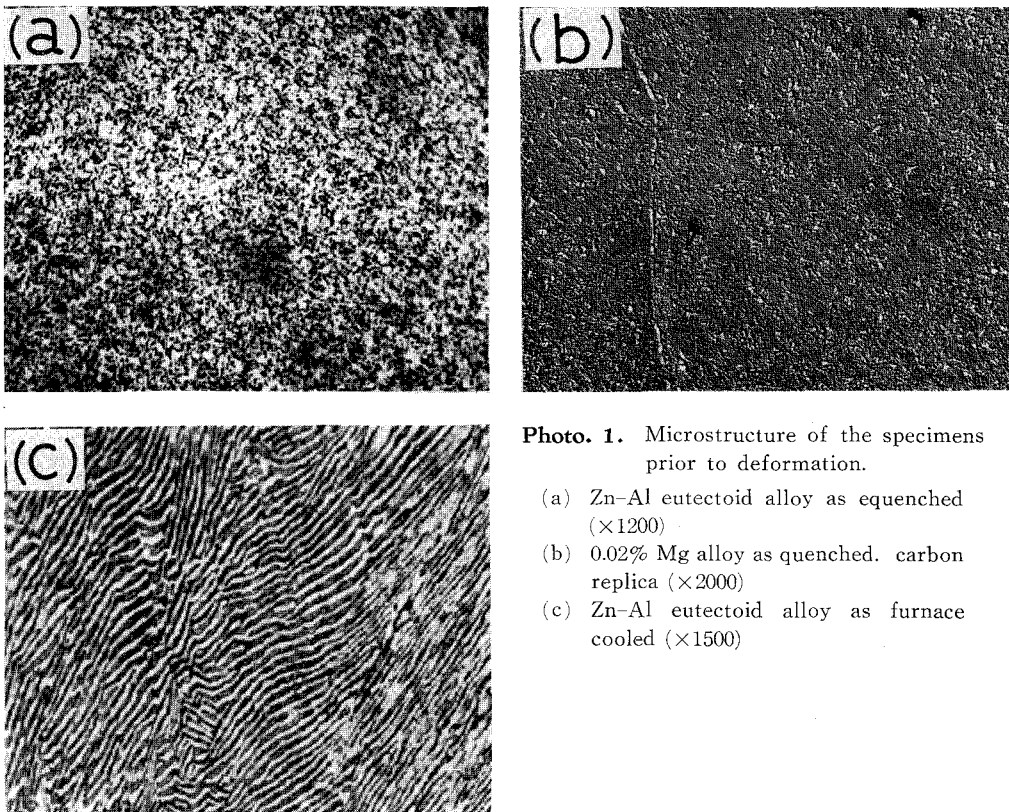
Fig. 5. A schematic load-time diagram representing a velocity change from  $v$  to  $v'$  at time  $t^*$ .

#### IV. 実験結果

##### 1. 変形前の組織観察

350°C の単相  $\alpha_1$  領域から約 -18°C の食塩水中に焼入し、室温で共析反応を行なわせた試料の組織を **Photo. 1 (a)** および **(b)** に示す。**(a)** は Zn-Al 共析合金の光学顕微鏡組織で **(b)** は 0.02% Mg 合金のレプリカ電子顕微鏡組織である。いずれも  $\alpha$  相 (Al に富む相) と  $\beta$  相 (Zn に富む相) が微細に均一に分布している。しかし 0.02% Mg 合金においては、 $\alpha_1$  結晶粒界 ( $\alpha_1$  は高温における面心立方晶の固溶体である) が認められる。これは、竹岡らの研究においても指摘されている。これに対し、Zn-Al 共析合金の炉冷材は **Photo. 1 (c)** に示すように層状組織を示している。

**Photo. 2** は、**Photo. 1** で示したそれぞれの組織の X 線回折結果である。**(a)** **(b)** の Zn-Al 共析合金および 0.02% Mg 合金とも同様に、 $\alpha$  相および  $\beta$  相の回折環は連続線となっている。このことから両合金は、 $\alpha$ ,  $\beta$  相が何れもきわめて微細に無秩序に方向性なく分布していることがわかる。このことは、光学顕微鏡、レプリカ観察の結果と一致する。一方 **(c)** の炉冷材は環状の回折線を示すが、その強度にはむらがある。したがって炉冷材は  $\alpha$ ,  $\beta$  相の結晶粒 (層間距



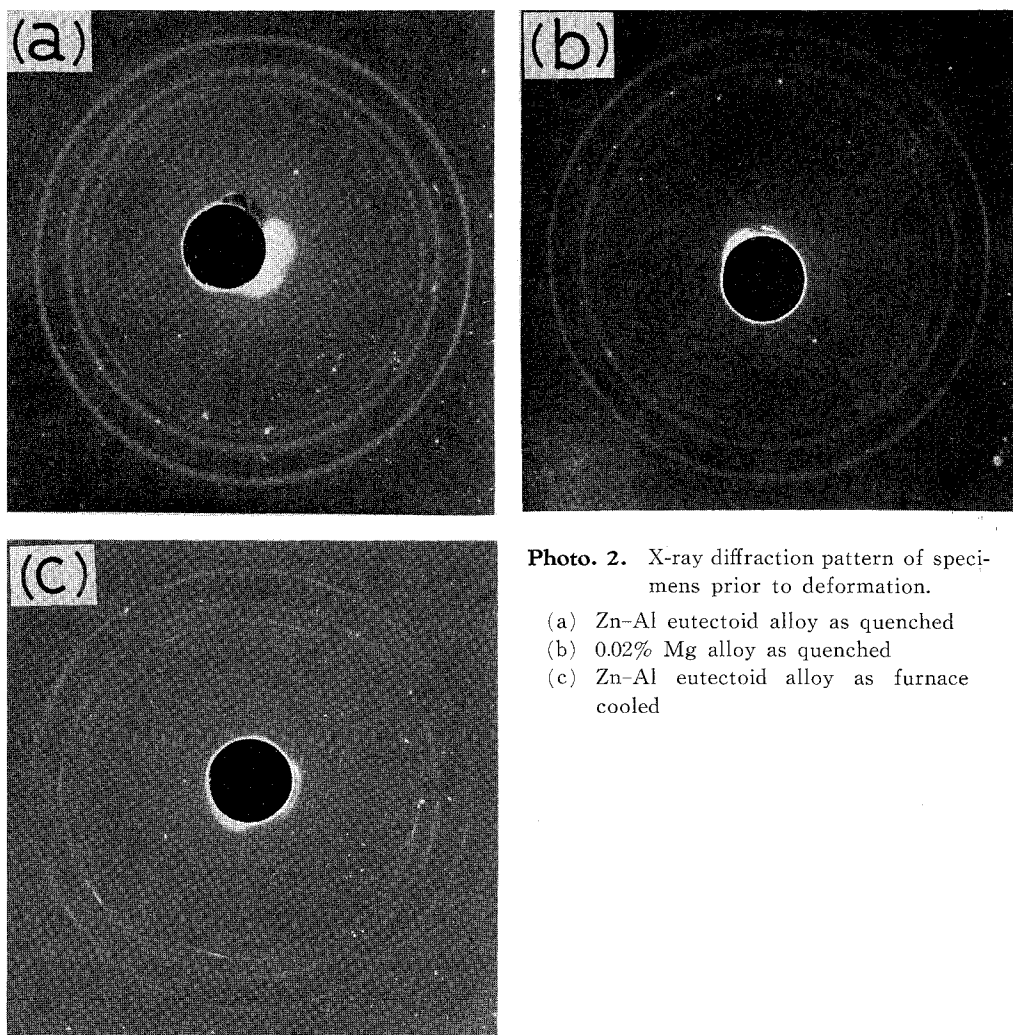
**Photo. 1.** Microstructure of the specimens prior to deformation.

- (a) Zn-Al eutectoid alloy as equenched ( $\times 1200$ )
- (b) 0.02% Mg alloy as quenched. carbon replica ( $\times 2000$ )
- (c) Zn-Al eutectoid alloy as furnace cooled ( $\times 1500$ )



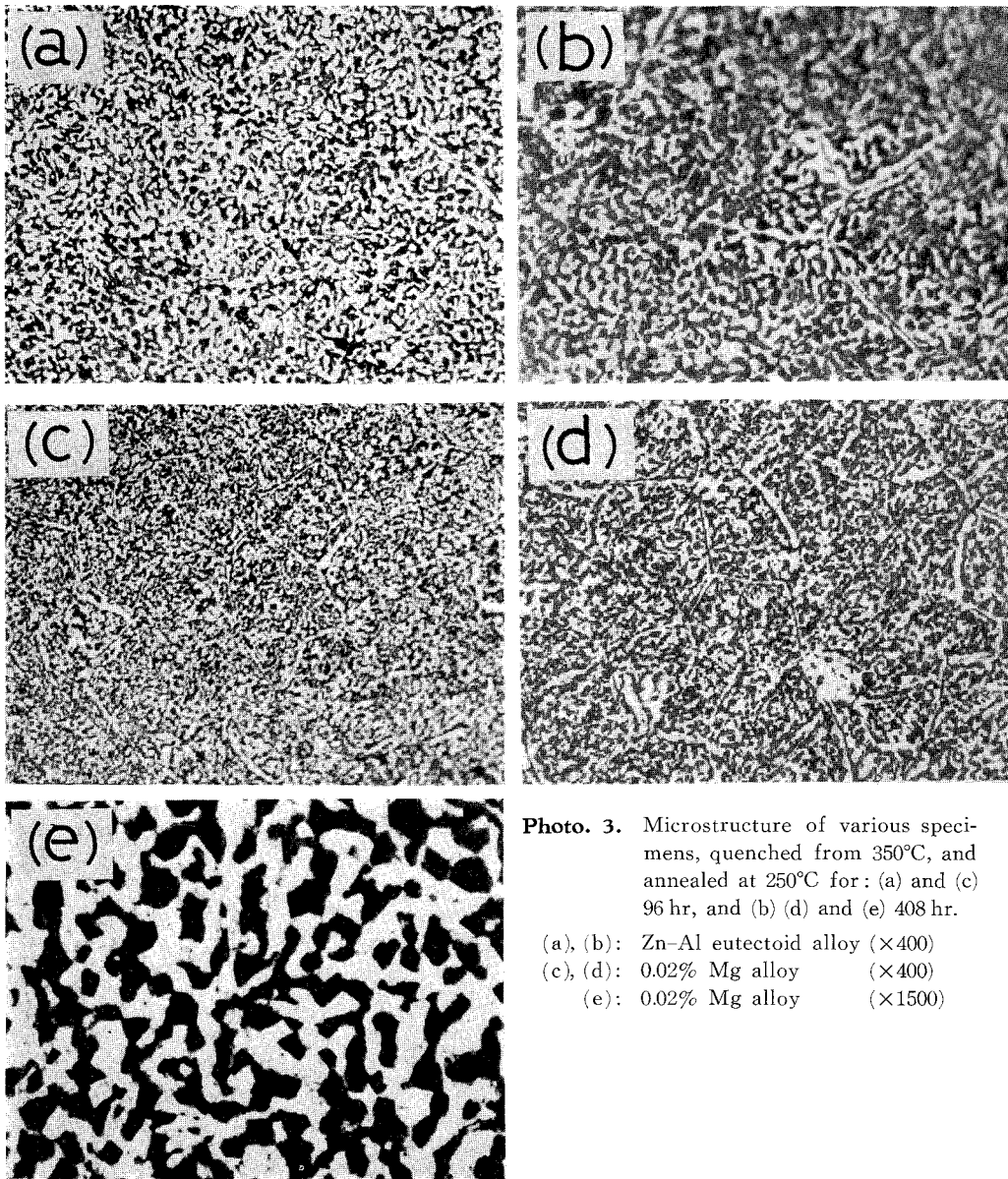
離)は十分小さいが、幾分方向性をもつことがわかる。

**Photo. 3** は、焼入後の微細組織を  $250^{\circ}\text{C}$  で長時間焼鈍した場合の組織変化を示したものである。Zn-Al 共析合金 (a) (b) から、焼入状態で認められなかった  $\alpha_1$  粒界が焼鈍時間の増大により明瞭となることがわかる。一方 0.02% Mg 合金 (c) (d) においても同様な傾向を示すが、その出現はより顕著である。このように、長時間の焼鈍によってより明瞭になるのは、 $\beta$  相 (明るい相) の成長が  $\alpha_1$  粒界に阻止される結果であり、非常に強固な粒界であることがわかる。超塑性挙動に与える影響も大きいと考えられるが、これについては後述する。(e) は、(d) の高倍率組織を示したものであるが、 $\alpha_1$  粒内部は  $\alpha$ ,  $\beta$  相の等軸組織である。 $\alpha$  相が角ばっているが、これは他の試料においても共通している。さらに焼鈍時間の等しい (a) と (c) あるいは (b) と (d) を比較すると Mg 添加により結晶粒の成長が抑制されることがわかる。



**Photo. 2.** X-ray diffraction pattern of specimens prior to deformation.

- (a) Zn-Al eutectoid alloy as quenched
- (b) 0.02% Mg alloy as quenched
- (c) Zn-Al eutectoid alloy as furnace cooled

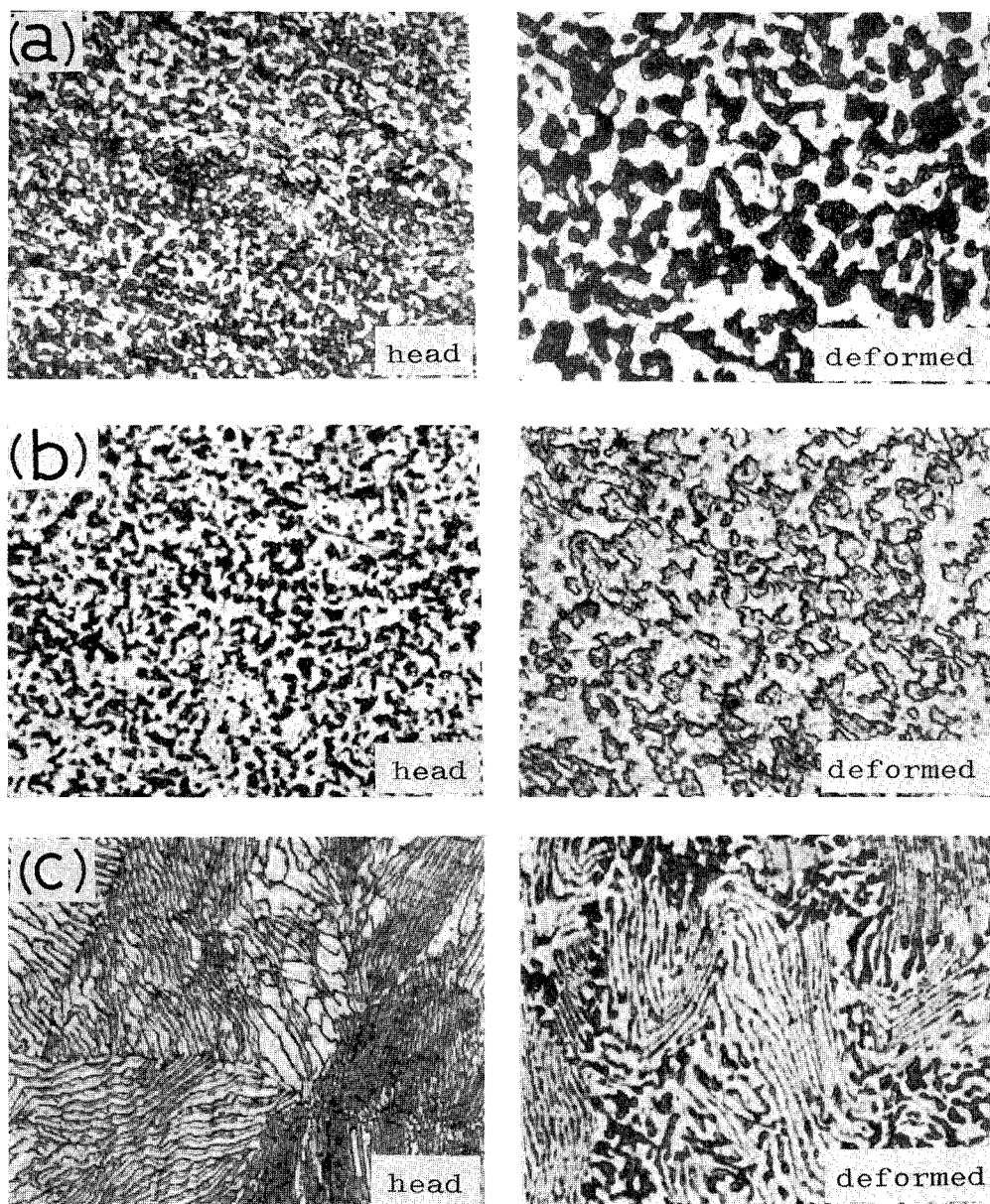


**Photo. 3.** Microstructure of various specimens, quenched from 350°C, and annealed at 250°C for: (a) and (c) 96 hr, and (b) (d) and (e) 408 hr.

(a), (b): Zn-Al eutectoid alloy (×400)  
 (c), (d): 0.02% Mg alloy (×400)  
 (e): 0.02% Mg alloy (×1500)

## 2. 顕微鏡組織におよぼすひずみの影響

**Photo. 4** (a) (b) は Zn-Al 共析合金および 0.02% Mg 合金を、ひずみ速度  $10^{-1} \text{ min}^{-1}$ 、試験温度 250°C で引張変形させた後の顕微鏡組織である。いずれも未変形のチャック部に比較し変形部 (断面減少率で 85%) は、著しい結晶粒の成長を起すことが明らかである。すなわち、ひずみによって結晶粒の成長が著しく促進される。しかし粒形は変形前と同様等軸である。さらに相境界が丸味をおびているのが観察される。これは他の報告<sup>16)</sup>と一致している。このこと

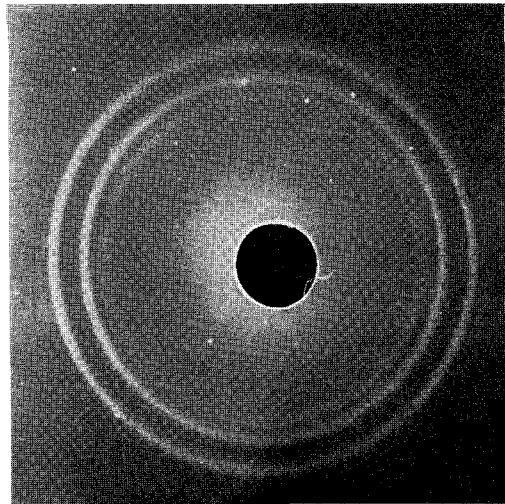


**Photo. 4.** Change in microstructure during tensile testing at 250°C.  
( $\times 1500$ ).

- (a) Zn-Al eutectoid alloy (head and deformed portions)
- (b) 0.02% Mg alloy
- (c) furnace cooled Zn-Al eutectoid alloy  
 $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ .

から変形中に粒界の移動が生ずることがわかる。(c)は Zn-Al 共析合金の炉冷材を同様の条件で引張試験した場合の顕微鏡組織変化を示したものである。チャック部は層状組織がそのまま保れているが、85% 断面収縮部は特異な組織となる。すなわち、層状組織の粒状化が生じ  $\alpha$ ,  $\beta$  相の等軸組織を呈するようになる。

ひずみによる結晶粒の粗大化は、X 線回折によっても確認された。**Photo. 5** は、**Photo. 4 (a)** 試料の 83% 断面収縮した部分の X 線回折像である。回折環は点の集まりで構成されるようになり、幾分広がりをもつようになる。このことから結晶粒の成長があることがわかる。さらに回折環の強度が均一なことから、変形後の組織も方向性をもたないことがわかる。



**Photo. 5.** X-ray diffraction pattern Zn-Al eutectoid alloy deformed to 83% reduction of area at 250°C.  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ . Initial grain size is  $0.7 \mu$ .

### 3. 引張試験結果の検討

**Fig. 6** は、引張応力-伸び曲線におよぼす組織と Mg 添加の影響を示したものである。伸びの測定は、平行部 (25 mm) が均一に伸びると仮定して計算した。いずれの試験片においても、伸びが 10% に達する以前に最大荷重に達している。層状組織の炉冷材は、いずれも高い引張強度を示すが伸びは小さい。これに反して焼入試料では、Zn-Al 共析合金および 0.02% Mg 合金とも 600~700% もの長大な伸びを示す。焼鈍によって結晶粒径を増大させるにともない引張強度が増加する反面伸びは減少する傾向を示す。また結晶粒径を  $1.8 \sim 1.9 \mu$  とした両試料の比較から、Mg 添加が伸びを著しく減少させることがわかる。これらの伸長率の著しい差異は後述するひずみ速度感受性を考慮に入れて再度考察する。**Fig. 6** の塑性曲線を見ると、最初ひずみ硬化領域がある。これは、すでに竹岡<sup>22)</sup>らによって指摘され、このひずみエネルギーが連続的再結晶の駆動力になることを示唆している。

**Fig. 7** および **Fig. 8** はそれぞれ Zn-Al 共析合金と 0.02% Mg 合金について焼鈍によって結晶粒径を変化させた場合のひずみ速度感受性とひずみ速度の関係を示したものである。なお比較のために、それぞれの炉冷材の挙動も併せて示した。微細な等軸組織をもつ試料は、いずれもひずみ速度感受性がひずみ速度に強く依存しており、あるひずみ速度範囲で最高値を示す。Mg の添加により、ひずみ速度感受性の高いレベルを示すひずみ速度範囲は縮少する傾向がみられる。またひずみ速度感受性の最高値は、両試料とも結晶粒径の増大とともに低ひずみ

速度側に移行する。このような傾向は多くの超塑性合金においてよくみられ<sup>16)</sup>、金属が超塑性を示すには結晶粒径ならびにひずみ速度に最適な条件があることがわかる。さらに合金の組成が異なれば、当然ひずみ速度感受性とひずみ速度の関係も変化するので前述した Fig. 6 の焼鈍材 (結晶粒径; 0.02% Mg 合金  $1.8\mu$ , Zn-Al 共析合金  $1.9\mu$ ) の場合におけるような著しい差異が生じてくる。一方、炉冷材のひずみ速度感受性は、ひずみ速度の増大により 0.3~0.2 の緩慢な減少を示す。

各合金の組織を変化させ異なるひずみ速度感受性を示す条件で破断するまで引張試験を行ない、ひずみ速度感受性指数と全伸びの関係を示したのが Fig. 9 である。これを見ると、どの材料も一つの曲線で表わすことができる。ひずみ速度感受性が約 0.2 までは伸びは緩慢な変化を示すが、0.2 以上になると非常に敏

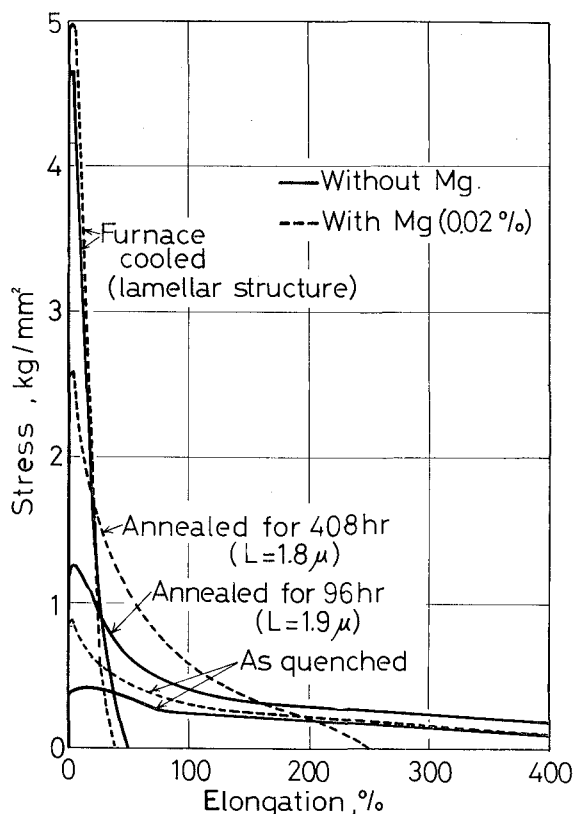


Fig. 6. Influence of the grain size and the Mg content on the stress-strain curve of Zn-Al eutectoid alloy.  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ min}^{-1}$  At  $250^\circ\text{C}$ .

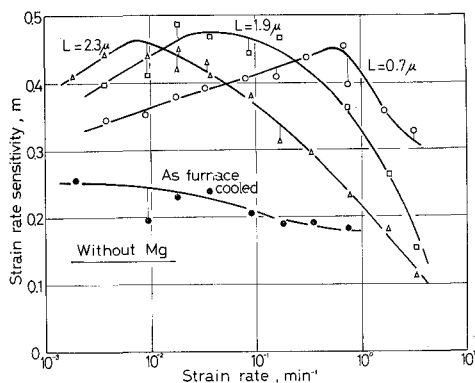


Fig. 7. The influence of grain size on the strain rate sensitivity-strain rate behavior of Zn-Al eutectoid alloys.

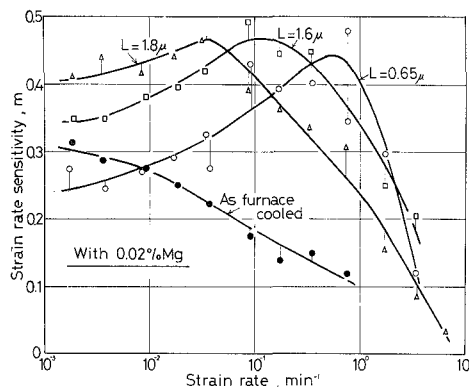


Fig. 8. The influence of grain size on the strain rate sensitivity-strain rate behavior of the 0.02% Mg alloy.

感となり、ひずみ速度感受性の僅かな増大で著しく伸びが大きくなる。このように Backofen<sup>13)</sup> らによって指摘されたひずみ速度感受性の超塑性挙動の指標的意味が明白となる。前述のようにひずみ速度感受性が大きくなると、断面減少速度は断面積にほとんど依存しなくなるため、くびれを生じた部分以外でも同じ変形速度で変形が進むため異常に大きな伸びを起こしうるわけである。

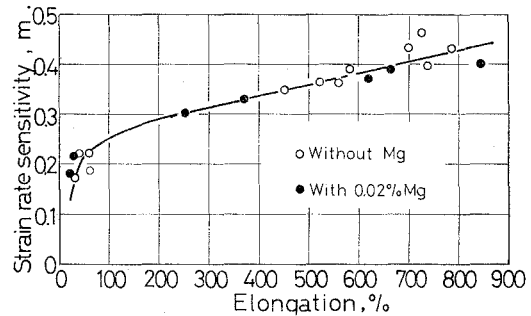


Fig. 9. Dependence of the total elongation on the strain rate sensitivity index,  $m$ .

## V. 結果の考察

本研究の実験結果から、Zn-Al 共析合金に 0.02% の Mg を添加した焼入状態の微細結晶粒組織の試料においては、250°C の最適超塑性条件のもとでその影響は僅かであって超塑性を示すことが明らかにされた。しかし Mg の添加は、粒界移動を抑制し高い応力を必要とすることが示唆された。一方、竹岡<sup>22)</sup> らによると室温における 0.02% Mg 合金の引張強度は 0% Mg 合金に比較し 8 倍であることが報告されている。したがって、多くの工業的応用合金として、Mg 添加の Zn-Al 共析合金は実用性が高いと考えられる。

現在まで提案されている超塑性の変形機構は、体積拡散または粒界拡散による拡散クリープ、結晶粒界すべり、および結晶学的すべりと粒界移動あるいは再結晶による連続的回復の三グループに分類されるが<sup>8)</sup>、いまだ確定されていない。それぞれの変形機構を詳細に考察し本実験結果と比較検討してみよう。

(a) 拡散クリープ機構との関連： 拡散クリープ変形は格子内あるいは粒界を通して、応力に誘起された空孔の移動によるものである。原子の移動は、空孔の移動と逆方向に進み (Fig. 10) 変形を生ずる。変形速度を支配する重要な関係は、空孔の拡散径路に関連している。すなわち、

格子拡散クリープ<sup>26)</sup>

$$\dot{\epsilon} = \frac{B_1}{L^2} \cdot \frac{\Omega \sigma}{kT} \cdot D_i$$

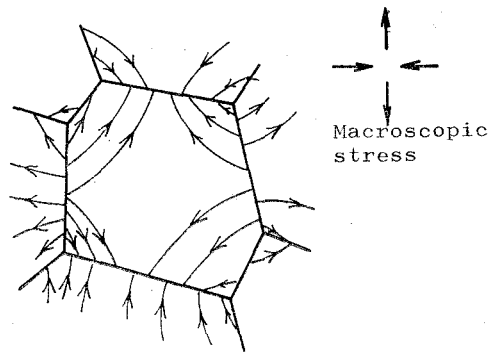


Fig. 10. The self-diffusion currents model when the grain is subjected to a shearing stress.

粒界拡散クリープ<sup>27)28)</sup>

$$\dot{\varepsilon} = \frac{B_2}{L^3} \cdot \frac{\Omega_0}{kT} \cdot w \cdot D_{g,b}$$

( $L$ は粒径,  $\Omega$ は原子容,  $w$ は粒界幅,  $B_1, B_2$ は定数,  $D_i$ と $D_{g,b}$ はそれぞれの拡散係数)

それぞれ応力と結晶粒径のひずみ速度依存の関係が、超塑性変形挙動と類似している。しかし、これらの場合ひずみ速度感受性指数は1に等しく超塑性の実験事実と矛盾する。さらに空孔の拡散に基づく逆方向の物質移動によって原子が相対的に引張応力方向に移動しなければならないが、実験結果から超塑性変形後粒成長は認められたが、等軸のままであり (Photo. 4), このことも事実と一致しない。したがって、この拡散クリープの機構は Zn-Al 共析合金系の超塑性挙動の主要原因とはなり難いであろう。

(b) 粒界すべりとの関連: Fig. 11 は Zn-Al 共析合金および 0.02% Mg 合金の各一定ひずみ速度での結晶粒径と流動応力の関係を両対数で示したものである。図に示したひずみ速度は、いずれも超塑性を示す範囲にある。流動応力と結晶粒径の関係は、両合金ともほぼ直線で示され、その傾きは1に近い。Nabarro<sup>29)</sup>によれば、結晶粒界が流体層とみなせるとき流動過程は一般につぎの式で示される。

$$\frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}} \approx \frac{LkT}{Db^2}$$

ここに  $D$  は拡散係数,  $b$  は原子間距離である。

一定温度、一定ひずみ速度では、

$$\sigma \propto L^2$$

したがって Fig. 11 の結果からその傾きが1であることは、結晶粒界すべりが起きていることを示していると考えられる。このように考えると、変形後の組織が等軸のまま保持され、かつ流動応力が微細結晶粒ほど小さいことなど実験事実をよく説明できる。Holt<sup>16)</sup>によると、超塑

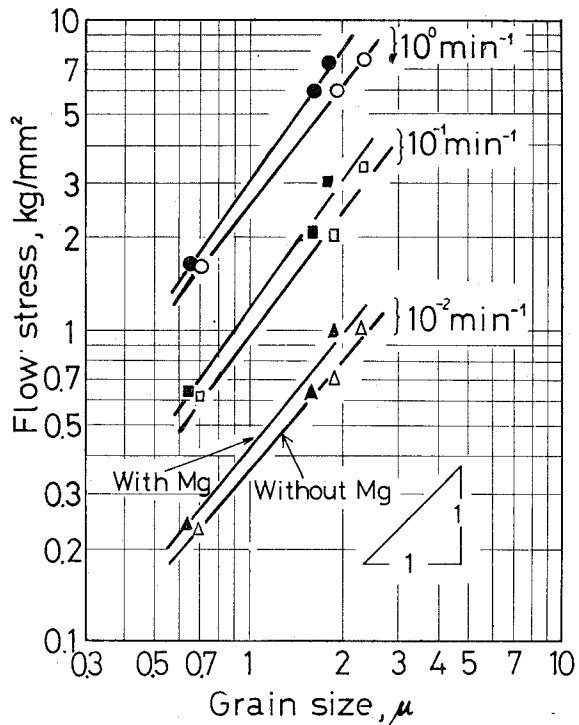


Fig. 11. The grain size dependence of the flow stress at various constant strain rates.

性を示す Zn-Al 共析合金は全伸びの 60% 以上が粒界すべりによるものであることを示しており上述のことが支持される。

しかしながら粒界すべりは粒それ自身変形することなしに連続的に起りえない。Gifkins<sup>30)</sup> は 400% 以上の伸びが観察されるとき、粒界すべりの他に調整機構の必要性を述べている。

(c) 動的回復過程との関連： 前述のように粒界すべりが変形の主機構とすると、粒界の三重点で応力集中が起るために、空洞が形成され大きな伸びは得られないと考えられる。このような空洞形成を緩和するために、Holt<sup>31)</sup> によると拡散流動、結晶学的すべり、粒界移動ならびに再結晶などが可能であるとしている。そして、その中で一般に結晶粒界移動がより重要な機構であると考えられている。しかし結晶粒界が化学的組成の同一な相の境界である場合、変形によって強くゆがんだ粒界は、粒界移動によって応力緩和できる。一方異相境界のすべりで生じた硬化領域は、溶質原子の再配列を必要とし単純な粒界移動によって、そのひずみを緩和できない。また Parker ら<sup>32)</sup> により、結晶学的すべりと粒界すべりが同時に起こり、粒界近傍で局部的なゆがみが生じ、それが粒界移動の駆動力となり粒界移動を起こさせるとする考えが示されている。この場合核は形成せず粒界が移動し新しいひずみのない結晶粒を作り、そこは初めの延性を示す組織となる。超塑性合金は  $1\mu$  程度の結晶粒径であるから微小距離だけ粒界が移動することで、このような過程が可能となる。本実験結果 (Pohto. 4) から、粒界は丸味を帯びかつ移動していることがわかった。ところで粒界移動を起こすためには、ひずみエネルギーを必要とする。Fig. 6 に示したように塑性曲線の最初にひずみ硬化が認められた。したがって、それが粒界移動の駆動力となっていると考えられる。すなわち、ひずみ硬化エネルギーによって連続的再結晶が生ずるわけである。

一方 Mg を 0.02% 添加した場合、より大きい応力で変形しなければならなかったが、これは、より大きなひずみエネルギーを必要とすることを意味し実験結果をうまく説明できる。

これらの考察から、Zn-Al 共析合金の超塑性は主として結晶粒界移動をともなった結晶粒界すべりによると考えられ、その際ひずみエネルギーを駆動力とした連続的再結晶が生じているとみなせる。さらに結晶粒径の増大にともない超塑性はより低ひずみ速度側で生ずるようになるが、これは結晶粒界すべりを連続して起させるのに必要な粒界移動の距離が増大し、それだけ応力緩和の調整過程に長時間を必要とするためであろう。

なお、Mg 添加でより明瞭に出現する  $\alpha_1$  結晶粒界と超塑性の関連、あるいは Zn-Al 共析合金の実用化の問題などについて、今後さらに検討する必要がある。

## VI. 総 括

Zn-Al 共析合金および 0.02% Mg 添加合金の焼入組織および焼鈍組織の超塑性挙動を検討し、つぎの結果をえた。



(1) Mg 添加により流動応力は顕著に増大するが、全伸びは減少せず超塑性を示す。また Mg 添加および焼鈍によって  $\alpha_1$  粒界が出現し、この粒界で  $\beta$  相の成長が抑制される。

(2) ひずみ速度感受性指数  $m$  は、超塑性挙動の指標となる。両試料において  $m$  はひずみ速度と結晶粒径に依存し、 $m$  の最高値を示すひずみ速度範囲は結晶粒径の増大により低速側に移る。

(3) Zn-Al 共析合金の超塑性変形は主として結晶粒界移動をともなった結晶粒界すべりによるものであり、その際ひずみエネルギーによって連続的再結晶が生ずると考えられる。

終りに、本研究に対して終始ご協力いただいた本学金属工学科卒業生・杉本悟君に心から謝意を表します。

(昭和 48 年 5 月 17 日受理)

## 文 献

- 1) 大下・武井：日本金属学会誌，**35** (12)，1120 (1971)。
- 2) W. Johnson, T. Y. H. Al-Naib and J. L. Duncan: J. Inst. Metals, **100**, 45 (1972)。
- 3) 西村・宮川：日本機械学会誌，**75**, 128 (1972)。
- 4) D. Oelschlägel: 日本金属学会報，**6**, 11 (1967)。
- 5) D. Oelschlägel: 金属，**39**, 33 (1969)。
- 6) 井口：塑性と加工，**10**, 190 (1969)。
- 7) 氏家：金属材料，**11** (7), 77 (1970)。
- 8) R. H. Johnson: Metall. Rev., No. 146, 115 (1970)。
- 9) E. E. Underwood: Metals, **12**, 914 (1962)。
- 10) W. Rosenhain, J. L. Haughton and K. E. Bingham: J. Inst. Metals, **23**, 261 (1920)。
- 11) A. Sauveur: Trans. Amer. Inst. Min. Met., **206**, 928 (1924)。
- 12) C. E. Pearson: J. Inst. Metals, **54**, 111 (1934)。
- 13) W. A. Backofen, I. R. Turner and D. H. Avery: Trans. ASM., **57**, 980 (1964)。
- 14) R. D. Garwood: J. Inst. Metals, **81**, 407 (1952-53)。
- 15) T. H. Alden and H. W. Schadler: Trans. AIME., **242**, 825 (1968)。
- 16) D. L. Holt: Trans. AIME, **242**, 25 (1968)。
- 17) P. Chaudhari: Acta Metallurg., **15**, 1777 (1967)。
- 18) E. V. Lee and E. E. Underwood: Metall. Trans., **1**, 1399 (1970)。
- 19) W. Schulze and F. Sauerwald: Z. Metallkde., **53**, 660 (1962)。
- 20) H. Mitbauer and F. Sauerwald: Z. Metallkde., **43**, 244 (1952)。
- 21) D. エールシュレーゲル：超塑性，日本金属学会シンポジウム予稿，p. 5 (1972)。
- 22) 竹岡, D. Oelschlägel, 和泉：日本金属学会誌，**35** (8), 780 (1971)。
- 23) H. P. Stüwe: Z. Metallkde., **61**, 704 (1970)。
- 24) E. W. Hart: Acta Metallurg., **15**, 351 (1967)。
- 25) 田中・村田・井川：投稿中。
- 26) C. Herring: J. Appl. Physics, **21**, 437 (1950)。
- 27) R. L. Coble: J. Appl. Physics, **34**, 1679 (1963)。
- 28) R. B. Jones: Nature, **207**, 70 (1965)。
- 29) W. A. Backofen, F. J. Azzarto, G. S. Murty and S. W. Zehr: Ductility, ASM Metals, p. 279 (1968)。
- 30) R. C. Giffkins, J. Inst. Metals., **95**, 373 (1967)。
- 31) D. L. Holt and W. A. Backofen: Trans. ASM., **59**, 755 (1966)。
- 32) C. M. Packer, R. H. Johnson and O. D. Sherby: Trans. AIME., **242**, 2485 (1968)。